

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE.

MINISTÈRE DU COMMERCE ET DE L'INDUSTRIE.

DIRECTION DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE.

BREVET D'INVENTION.

Gr. 14. — Cl. 2.

N° 815.403

Colorants polyazoïques et leur procédé de production.

Société dite : I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT résidant en Allemagne.

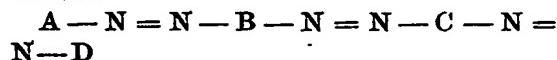
Demandé le 24 décembre 1936, à 13<sup>h</sup> 56<sup>m</sup>, à Paris.

Délivré le 12 avril 1937. — Publié le 12 juillet 1937.

(Demande de brevet déposée en Allemagne le 9 janvier 1936. — Déclaration du déposant.)

La présente invention est relative à des nouveaux colorants polyazoïques et à un procédé pour leur production.

Le procédé consiste à combiner un composé diazoïque ou diazoazoïque avec une amine capable de copuler en position para par rapport au groupe amino, à diazoter de nouveau, à copuler avec un acide aminoaroylaminonaphthol-mono- ou disulfonique, à diazoter davantage le colorant polyazoïque et à combiner finalement avec une aminoarylpyrazolone. Les colorants qui en résultent peuvent être représentés par la formule générale suivante :



dans laquelle « A » désigne le radical d'une amine diazotée ou d'un composé aminoazoïque diazoté, « B » le radical d'une amine diazotée, copulé dans la position para par rapport au groupe amino, « C » le radical d'un acide aminoaroylaminonaphthol-mono- ou disulfonique et « D » le radical d'une aminoarylpyrazolone.

Grâce à ce nouveau procédé on obtient des colorants nouveaux essentiellement bruns qui sont davantage diazotables en substance ou sur la fibre. Les colorants conviennent également au traitement ultérieur sur la fibre avec des composés diazoï-

ques, par exemple avec la para-nitraniline diazotée.

Les teintes obtenues se laissant très bien ronger en milieu neutre ; lorsque dans la formule ci-dessus le symbole « D » représente le radical d'un acide aminoarylpyrazolone-3-carboxylique ou un dérivé correspondant, on obtient des colorants qui se laissent très bien ronger en milieu neutre et en milieu alcalin.

A titre non limitatif la présente invention est illustrée par les exemples suivants ; les parties y mentionnées se rapportent aux poids.

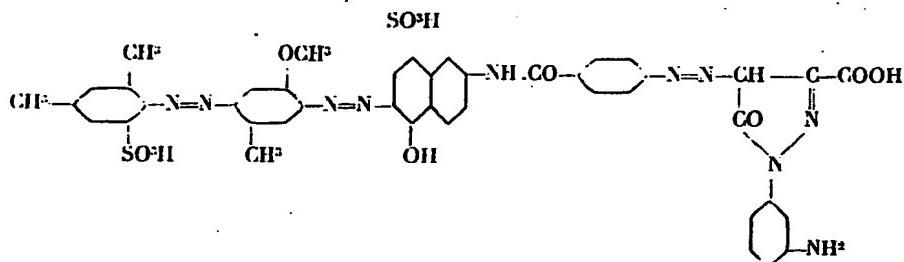
Exemple 1. — 335 parties d'acide chlorhydrique (19° Bé) sont ajoutées à une solution aqueuse de 223 parties de sel de sodium de l'acide méta-xylidine-ortho-sulfonique, et l'amine est diazotée à 15° C. par addition de 69 parties de nitrite de sodium. Lorsque la diazotation est achevée, on ajoute une solution de 140 parties de crésidine dans 160 parties d'acide chlorhydrique (19° Bé) et une faible quantité d'eau, après quoi on y ajoute encore de l'acétate de sodium jusqu'à ce que la réaction acide au rouge Congo ait disparu. On achève la copulation en chauffant à 40° C. et le colorant monoazoïque est isolé à partir d'une solution acide au rouge Congo.

La pâte colorante est dissoute dans de

Prix du fascicule : 6 francs.

l'eau avec addition d'une solution de carbonate de sodium jusqu'à ce que la solution soit neutre au papier de tournesol. Après addition de 75 parties de 5 nitrite de sodium, on introduit à 15° C., en agitant, 700 parties d'acide chlorhydrique (19° Bé). Une fois la diazotation achevée, le composé diazoïque est isolé en exprimant et ajouté à une solution 10 aqueuse de 360 parties d'acide para-aminobenzoyl-2-amino-5-naphtol-7-sulfonique et 280 parties de carbonate de sodium. Le colorant disazoïque obtenu est isolé, suspendu dans de l'eau et diazoté de nouveau

à 18° C. après addition de 75 parties de 15 nitrite de sodium et 700 parties d'acide chlorhydrique (19° Bé). Lorsque la diazotation est achevée, on ajoute encore une solution de 243 parties d'acide 1-méta- 20 aminophénol-5-pyrazolone-3-carboxylique (sel sodique) et de l'acétate de sodium jusqu'à la réaction acide à l'acide acétique. Après un repos de plusieurs heures on achève la copulation en ajoutant de la lessive de soude caustique jusqu'à ce que 25 la réaction soit alcaline. Le colorant est séparé par expression. Il répond à l'état libre à la formule suivante :



30 Diazoté et développé sur la fibre avec du B-naphtol ou de la méta-phénylènediamine, il fournit des nuances brunes. Les teintes se laissent aisément ronger en milieu neutre et aussi en milieu alcalin. Par un traitement ultérieur sur la fibre avec la para-nitraniline diazotée, on obtient également 35 des nuances brunes.

Si l'on exécute la copulation finale avec 190 parties de para-aminophénol-3-méthyl-40 5-pyrazolone, on obtient un colorant qui teint le coton en nuances brun-rougeâtres après diazotation sur la fibre et développement avec la méta-phénylène-diamine. Ce colorant est facilement rongeable avec 45 une pâte à enlevage neutre.

*Exemple 2.* — Si l'on utilise à l'exemple 1, au lieu de la crésidine, 223 parties d'un mélange d'acide 1-naphtylamine-6- et 1-naphtylamine-7-sulfonique, on obtient sur 50 coton, après développement avec la méta-phénylènediamine, des nuances brunes qui se laissent très bien ronger en milieu neutre comme en milieu alcalin.

*Exemple 3.* — En utilisant à la place 55 de l'acide para-amino-benzoyl-2-amino-5-naphtol-7-sulfonique la quantité équivalente d'acide para-aminobenzoyl-2-amino-8-naphtol-6-sulfonique, on obtient éga-

lement, après développement, des nuances brunes d'une très bonne rongeabilité.

*Exemple 4.* — En utilisant à la place de l'acide para-aminobenzoyl-2-amino-5-naphtol-7-sulfonique employé à l'exemple 1 une quantité équivalente d'acide para-aminobenzoyl-1-amino-5-naphtol-7-sulfonique, on obtient également des colorants bruns de propriétés similaires.

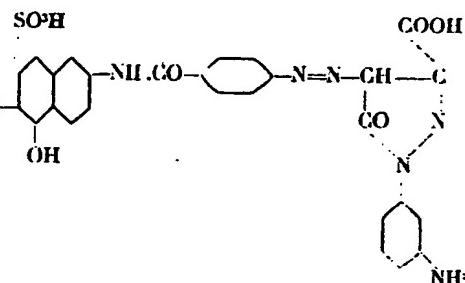
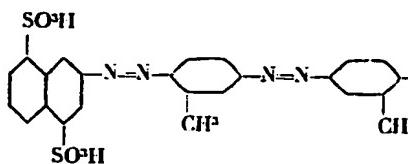
*Exemple 5.* — 303 parties d'acide 2-naphtylamine-4,8-disulfonique sont dissoutes dans de l'eau. A la solution on ajoute d'abord 335 parties d'acide chlorhydrique (19° Bé) et ensuite à 10° C. 69 parties de nitrite de sodium. Au composé diazoïque ainsi formé on ajoute 110 parties de méta-toluidine dissoutes dans de l'eau et dans 75 160 parties d'acide chlorhydrique (19° Bé). La copulation est achevée par addition d'acétate de sodium jusqu'à ce que la réaction ne soit plus acide au rouge Congo. 80 Le colorant est dissous par addition de lessive de soude caustique aqueuse jusqu'à ce que la réaction soit neutre. Ensuite on y ajoute 75 parties de nitrite de sodium et à 10° C. 700 parties d'acide chlorhydrique (19° Bé). Au bout de 4 heures environ le composé diazoïque est isolé et 85

introduit dans une solution aqueuse de 110 parties d'ortho-toluidine et 160 parties d'acide chlorhydrique. On y ajoute de l'acétate de sodium jusqu'à ce que la réaction soit acide à l'acide acétique, la copulation étant achevée en même temps. Le mélange de réaction est rendu acide au rouge Congo et le colorant aminodisazoïque est isolé par expression : il est dissous avec 10 de la lessive de soude caustique et de l'eau jusqu'à la réaction neutre et diazoté à 15-18° C. par addition de 75 parties de nitrite de sodium et 700 parties d'acide chlorhydrique (19° Bé). Après un repos de 15 quelques heures, le composé diazoïque est introduit dans une solution aqueuse de 360 parties d'acide para-aminobenzoyl-2-

amino-5-naphtol-7-sulfonique et 300 parties de carbonate de sodium. Le colorant trisaïque est isolé, mis en suspension dans de l'eau et diazoté à nouveau à 18° C. par addition de 75 parties de nitrite de sodium et 800 parties d'acide chlorhydrique à 19° Bé. La copulation finale se fait comme décrit à l'exemple 1 au moyen du sel de sodium de l'acide 1-méta-aminophénol-5-pyrazolone-3-carboxylique. Teint sur coton et développé, après diazotation, avec la méta-phénylénediamine, ce colorant fournit des nuances brun-rougeâtres d'une très bonne rongeabilité en milieu neutre comme en milieu alcalin.

Le colorant répond à l'état libre à la formule suivante :

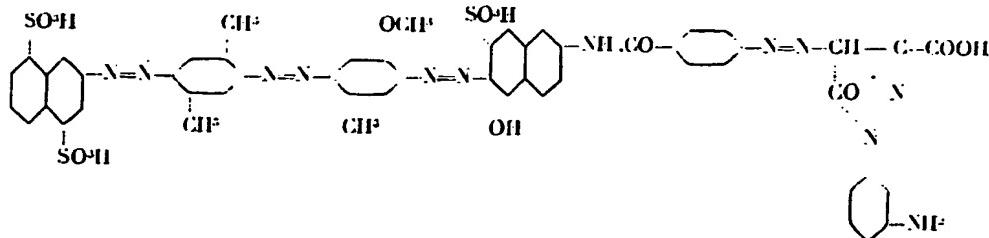
35



*Exemple 6.* — En remplaçant à l'exemple 5 l'acide para-aminobenzoyl-2-amino-5-naphtol-7-sulfonique par 450 parties d'acide para-amino-benzoyl-1-amino-8-naphtol-3,6-disulfonique, on obtient un colorant qui, teint sur coton, diazoté et développé avec la méta-phénylénediamine, donne des nuances brun-olivâtres. Les teintes peuvent être rongées en un blanc pur en milieu neutre comme en milieu alcalin.

*Exemple 7.* — 303 parties d'acide 2-naphtylamine-4,8-disulfonique sont diazotées et copulées avec 121 parties de para-xylidine à la manière décrite à l'exemple 5 et copu-

lées de nouveau, après diazotation, avec 140 parties de crésidine comme décrit à l'exemple 5. Après avoir diazoté à nouveau, le produit est copulé avec 360 parties d'acide para-aminobenzoyl-2-amino-5-naphtol-7-sulfonique et finalement diazoté et copulé, comme décrit à l'exemple 1, avec le sel de sodium de l'acide 1-méta-aminophénol-5-pyrazolone-3-carboxylique. Après diazotation et développement avec la méta-phénylénediamine, on obtient des nuances brun foncé qui se laissent ronger en un blanc pur en milieu neutre comme en milieu alcalin. Le courant répond à l'état libre à la formule suivante :



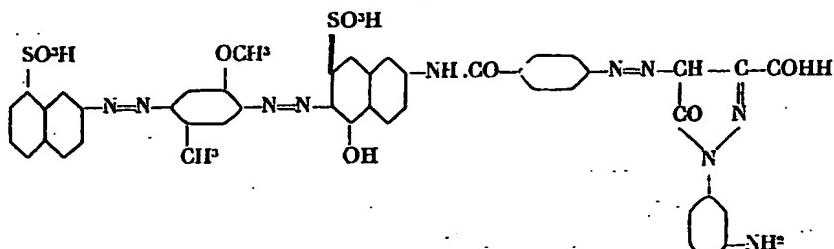
*Exemple 8.* — 223 parties d'acide 2-naphtylamine-8-sulfonique sont diazotées et copulées avec 140 parties de crésidine comme décrit à l'exemple 1. Le colorant

70

aminoazoïque est diazoté davantage avec 75 parties de nitrite de sodium et 700 parties d'acide chlorhydrique (19° Bé) et copulé avec 360 parties d'acide para-aminobenzoyl-2-amino-5-naphtol-7-sulfoni que en milieu alcalin à la soude. La copulation finale s'effectue avec l'acide 1-méta-aminophénylpyrazolone-3-

carboxylique comme décrit à l'exemple 1.

Après diazotation et développement avec 10 la métaphénylenediamine, le colorant fournit sur coton des nuances brunes qui sont rongeables en milieu neutre comme aussi en milieu alcalin. Le colorant correspond à l'état libre à la formule : 15



#### RÉSUMÉ.

La présente invention a pour objet :

- 1° A titre de produits industriels nouveaux des colorants azoïques répondant à la formule générale suivante :  
A—N=N—B—N=N—C—N=N—D  
dans laquelle « A » représente le radical d'une amine diazotée ou d'un composé aminoazoïque diazoté, « B » le radical d'une amine diazotée, copulé dans la position para par rapport au groupe amino, « C » le radical d'un acide aminoaroylamino-naphtol-mono- ou disulfonique et « D » le radical d'une aminoarylpyrazolone.  
2° Un procédé pour la production des

colorants visés sous 1°, caractérisé en ce qu'on combine un composé diazoïque ou diazo-azoïque avec une amine capable de copuler en position para par rapport au groupe amino, qu'on diazote et qu'on copule avec un acide aminoaroylamino-naphtol-mono- ou disulfonique, qu'on diazote davantage le colorant polyazoïque et qu'on combine finalement avec une amino-arylpyrazolone. 35 40

Société dite : I. G. FARBENINDUSTRIE

AKTIENGESELLSCHAFT.

Par préparation :

Cabinet J. BONNET-TUINION.